

**METHOD FOR DETERMINING MATURITY EXTENT OF COTTON FILAMENTS****Publication number:** RU2202786**Publication date:** 2003-04-20**Inventor:** SEMIKIN A P; IZGORODIN A K; USOL TSEVA N V;  
ZHERDEV V P**Applicant:** IVANOVSKAJA G TEKSTIL NAJA AKA**Classification:****- international:** **G01N33/36; G01N33/36; (IPC1-7): G01N33/36****- european:****Application number:** RU20010125692 20010919**Priority number(s):** RU20010125692 20010919[Report a data error here](#)**Abstract of RU2202786**

**FIELD:** textile industry. **SUBSTANCE:** method involves providing analysis of interference pattern during passage of polarized light through filaments disposed between covering glasses; placing filaments in nematogenic mesophase; heating filaments with nematic and determining width of nematic zone with disturbed homeotropic orientation in surface region of filaments before phase transition of nematic to isotropic state; measuring transition temperature to judge the extent of maturity of filaments. Double refraction factor of nematic is within the range of 0.2-0.3. **EFFECT:** increased efficiency in primary processing of cotton filaments and provision for obtaining objective data on extent of maturity of cotton filaments. 2 cl, 8 dwg, 1 tbl

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(19) **RU** (11) **2 202 786** (13) **C1**  
(51) МПК<sup>7</sup> **G 01 N 33/36**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

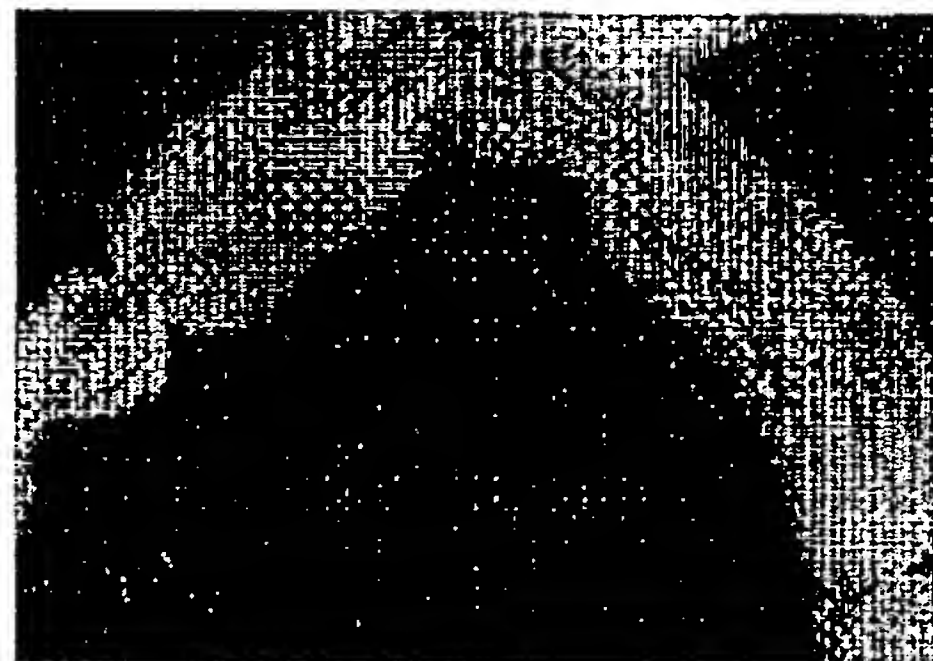
(21), (22) Заявка: 2001125692/12 , 19.09.2001  
(24) Дата начала действия патента: 19.09.2001  
(46) Дата публикации: 20.04.2003  
(56) Ссылки: SU 679862 A1, 15.08.1979. SU 1128173 A, 07.12.1984. RU 2067627 C1, 10.10.1996. US 5752294 A, 19.05.1998.  
(98) Адрес для переписки:  
153000, г.Иваново, пр. Ф. Энгельса, 21, ком. 359, ИГТА, патентный отдел

(71) Заявитель:  
Ивановская государственная текстильная академия  
(72) Изобретатель: Семикин А.П.,  
Изгородин А.К., Усольцева Н.В., Жердев В.П.  
(73) Патентообладатель:  
Ивановская государственная текстильная академия

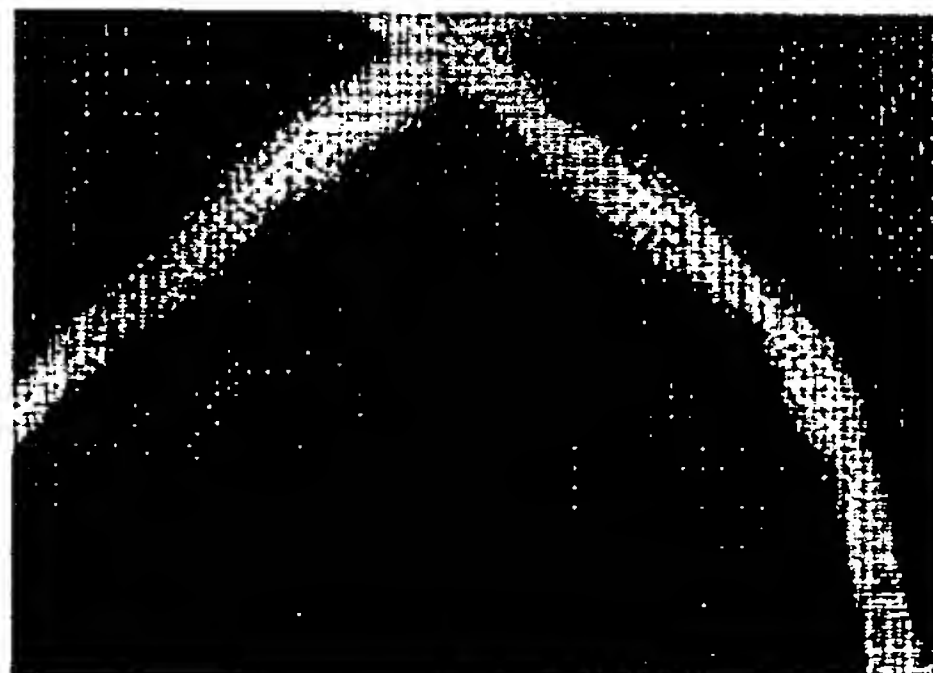
(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ЗРЕЛОСТИ ВОЛОКОН ХЛОПЧАТНИКА

(57) Реферат:

Способ относится к текстильной промышленности и может использоваться на предприятиях первичной обработки волокон и в прядильном производстве. Способ определения степени зрелости волокон хлопчатника заключается в анализе интерференционной картины при прохождении поляризованного света через волокна, находящиеся между покровными стеклами. Волокна располагают в среде нематогенной мезофазы, нагревают волокна с нематиком и определяют ширину зоны нематика с искаженной гомеотропной ориентацией в приповерхностной области волокон перед фазовым переходом нематика в изотропное состояние, измеряют температуру этого перехода, после чего судят о степени зрелости волокон. Показатель двулучепреломления нематика выбирают равным 0,2-0,3. Способ отличается объективностью определения степени зрелости волокон хлопчатника. 1 з.п. ф-лы, 4 ил., 1 табл.



Фиг. 1а



Фиг. 1б

RU 2 202 786 C1

RU 2 202 786 C1



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 202 786** <sup>(13)</sup> **C1**  
(51) Int. Cl. <sup>7</sup> **G 01 N 33/36**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

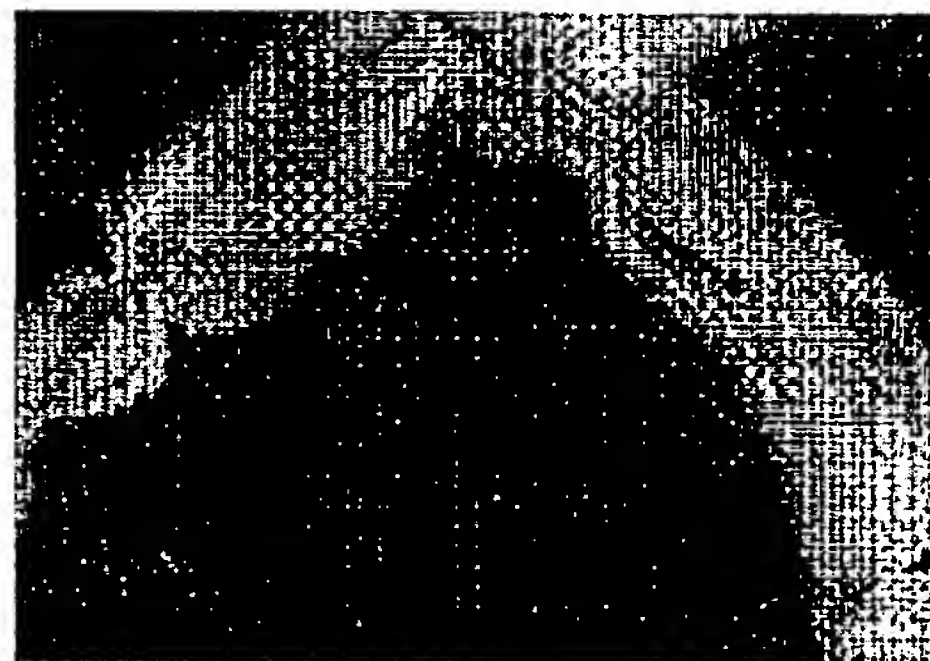
(21), (22) Application: 2001125692/12, 19.09.2001  
(24) Effective date for property rights: 19.09.2001  
(46) Date of publication: 20.04.2003  
(98) Mail address:  
153000, g.Ivanovo, pr. F. Ehngel'sa, 21, kom.  
359, IGTA, patentnyj otdel

(71) Applicant:  
Ivanovskaja gosudarstvennaja tekstil'naja  
akademija  
(72) Inventor: Semikin A.P.,  
Izgorodin A.K., Usol'tseva N.V., Zherdev V.P.  
(73) Proprietor:  
Ivanovskaja gosudarstvennaja tekstil'naja  
akademija

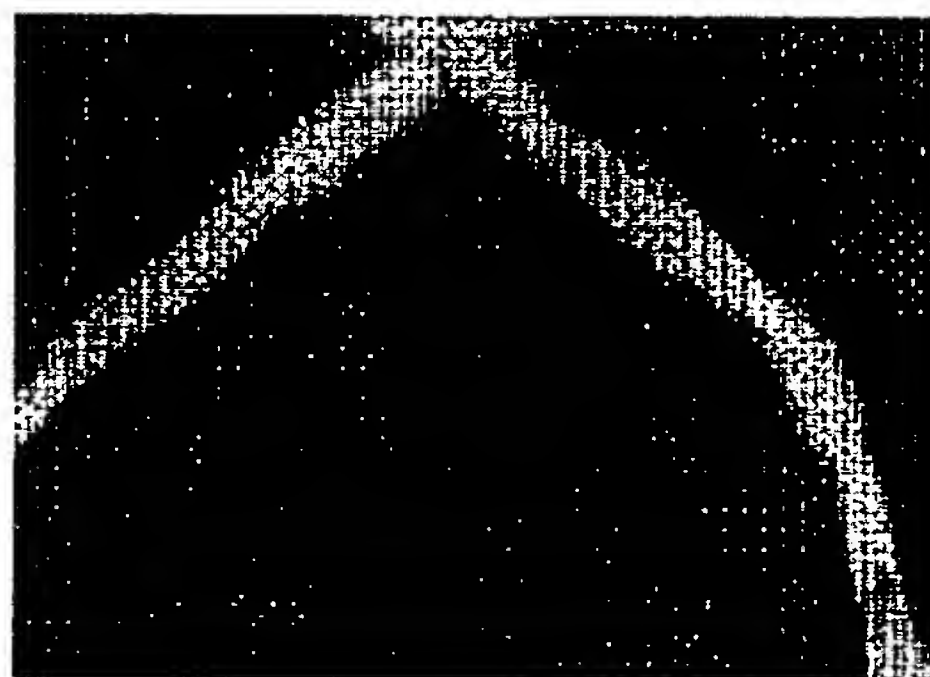
(54) **METHOD FOR DETERMINING MATURITY EXTENT OF COTTON FILAMENTS**

(57) **Abstract:**

FIELD: textile industry. SUBSTANCE: method involves providing analysis of interference pattern during passage of polarized light through filaments disposed between covering glasses; placing filaments in nematogenic mesophase; heating filaments with nematic and determining width of nematic zone with disturbed homeotropic orientation in surface region of filaments before phase transition of nematic to isotropic state; measuring transition temperature to judge the extent of maturity of filaments. Double refraction factor of nematic is within the range of 0.2-0.3. EFFECT: increased efficiency in primary processing of cotton filaments and provision for obtaining objective data on extent of maturity of cotton filaments. 2 cl, 8 dwg, 1 tbl



Фиг. 1а



Фиг. 1б

RU 2 202 786 C1

RU 2 202 786 C1

Изобретение относится к отраслям текстильной промышленности, может быть использовано на предприятиях первичной обработки волокон и в прядильном производстве.

Зрелость волокна характеризуют толщиной стенки в его поперечном сечении. Отношение наружного диаметра волокна к диаметру его канала называют коэффициентом зрелости. Непосредственное измерение размеров сечения высушенных волокон практически невозможно поэтому обычно используют косвенные методы.

Известен способ [1, 2] определения степени зрелости хлопка по воздухопроницаемости образца из волокон массой в несколько граммов. При этом определяют воздухопроницаемость волокна с разной степенью уплотнения или воздухопроницаемость волокнистых образцов до набухания их в растворе едкого натра и после выдержки в этом растворе. Описанный способ основан на зависимости сопротивления волокнистой пробы прохождению через нее воздушного потока от формы сечения волокон. Если волокна менее зрелые то они после высыхания оказываются более сплюснутыми и, как следствие, плотней укладываются при сжатии их в емкости, через которую пропускают воздух. При более плотной укладке волокон их воздухопроницаемость снижается. Если используют пропитку волокон раствором едкого натрия, то менее зрелые волокна в большей мере изменяют размеры и форму при набухании. При этом различие значений воздухопроницаемости волокнистой массы до выдержки в растворе едкого натрия и после выдержки с уменьшением зрелости волокон будет возрастать. Описанному выше способу определения зрелости хлопка характерны следующие недостатки:

воздухопроницаемость существенно зависит от различных примесей в волокнистой массе, которые всегда в ней имеются;

на пористость образца волокон влияет степень разрыхления волокон и конфигурация поперечного сечения пробы;

при набухании волокон в растворе едкого натрия размеры сечения у разных волокон изменяются в разной пропорции.

Наиболее близким способом к предложенному является способ определения зрелости хлопка посредством использования явления интерференции поляризованного света [4, 3]. При прохождении поляризованного света через волокно происходит двулучепреломление: возникают обыкновенный "о" и необыкновенный "е" лучи, которые движутся через волокно с разной скоростью. При возрастании толщины стенки в волокне, т.е. увеличении его зрелости, возрастает длина оптического пути лучей "о" и "е" и разность фаз волн. В результате разные толщины стенок волокна обуславливают появление максимумов на разных длинах волн. При наложении вышедших из волокон лучей "о" и "е" они интерферируют на соответствующей длине волны, волокна оказываются окрашенными в различные цвета. Каждой толщине стенки в волокне соответствуют определенные цвета. Волокнам одинаковой зрелости соответствует несколько цветов, поскольку они закручены и оптическая длина пути лучей "о" и "е" в

отдельных зонах волокна оказывается разной. Например зрелым волокнам (первая группа зрелости) соответствуют оранжевые, золотисто-желтые, розовато-фиолетовые, зеленовато-желтые и зеленые цвета, отдельных их участков. Недозрелым волокнам (вторая группа зрелости) соответствуют синие, голубые, желтые и зеленые цвета. Незрелым волокнам (третья группа зрелости) - фиолетовые и синие цвета. Совершенно незрелым волокнам (четвертая группа зрелости) фиолетовые, красные, прозрачно-красные цвета. Для вычисления коэффициента зрелости по данному способу каждой группе зрелости присваивается коэффициент: первой - 2,35; второй - 1,3; третьей - 1,0; четвертой - 0,5. Затем, подсчитывая долю каждой группы волокон и умножая ее значение на соответствующий коэффициент, находят средневзвешенное значение коэффициента зрелости. К недостаткам данного способа относятся: 1) субъективность отнесения волокон к различным группам, т.к. цветовая окраска отдельных участков различных групп может быть аналогичной. 2) показатель двулучепреломления определяется не только толщиной стенки волокна, но и степенью кристалличности, а также анизотропностью кристаллитов целлюлозы, входящих в состав стенки волокна. А это означает, что окраска отдельных участков волокон определяется не только толщиной их стенки.

Техническим результатом является повышение объективности определения степени зрелости волокон хлопчатника.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе определения степени зрелости волокон хлопчатника, заключающемся в анализе цвета интерференционной картины при прохождении поляризованного света через волокна, находящиеся между покровными стеклами, согласно изобретению, волокна располагают в среде нематогенной мезофазы, нагревают волокна с нематиком, определяют ширину зоны нематика с искаженной гомеотропной ориентацией в приповерхностной области волокон перед фазовым переходом нематика в изотропное состояние, измеряют температуру этого перехода, после чего судят о степени зрелости волокон, при этом показатель двулучепреломления нематика выбирают равным 0,2-0,3. Разность между температурой перехода в изотропное состояние нематика и температурой проведения измерения составляет 1-3°C.

Использование жидких кристаллов для определения степени зрелости волокон хлопчатника связано с особенностями изменений в волокне при их созревании, а также спецификой структуры и свойств жидких кристаллов.

Диаметр волокон хлопчатника достигает своего предельного значения за несколько дней роста, а затем, в течение 50-70 дней, происходит увеличение толщины за счет заполнения полости, главным образом, целлюлозой. При этом изменяются степень кристалличности волокон, состав вещества, размеры и энергетическое состояние кутикулы. О существенном изменении структуры и состояния поверхности волокон (кутикулы) при их созревании свидетельствует



например тот факт, что незрелые волокна отличаются плохой прокрашиваемостью. По данным инфракрасной спектроскопии для незрелых волокон характерны более "жесткие" межмолекулярные взаимодействия. Жидкие кристаллы, нематического типа, представляют собой совокупность достаточно подвижных линейных молекулярных образований в виде "стержней" длиной около  $20\text{Å}$ , и толщиной приблизительно  $5\text{Å}$ . Энергия, необходимая

для ориентации структурных образований нематика, очень мала. Например, образование дефектов в них происходит при переохлаждении на  $0,01^\circ\text{C}$ . Из сказанного следует, что изменение энергетического состояния поверхностного слоя хлопка влияет на состояние жидкого кристалла, контактирующего с волокном.

На фигурах 1-4 изображены фотографии волокон разной степени зрелости в среде жидкого кристалла. Увеличение около фигур представлено в виде сомножителей  $370\times 4$ . Первому сомножителю соответствует увеличение при фотографировании, а второму - при фотопечати.

Фиг. 1а - фото зрелого волокна хлопчатника при температуре  $40^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 60 дней. Около волокна видна зона жидкого кристалла с искаженной гомеотропной ориентацией.

Фиг. 1б - фото зрелого волокна хлопчатника при температуре  $42,5^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 60 дней. Жидкий кристалл около волокна находится в изотропном состоянии.

Фиг. 2а - фото незрелого волокна хлопчатника при температуре  $39,5^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 30 дней. Около волокна видна зона жидкого кристалла с искаженной гомеотропной ориентацией.

Фиг. 2б - фото незрелого волокна хлопчатника при температуре  $41,5^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 30 дней. Жидкий кристалл около волокна находится в изотропном состоянии.

Фиг. 3а - фото зрелого волокна хлопчатника при температуре  $39^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 20 дней. Около волокна видна зона жидкого кристалла с искаженной гомеотропной ориентацией.

Фиг. 3б - фото зрелого волокна хлопчатника при температуре  $39^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 20 дней. Жидкий кристалл около волокна находится в изотропном состоянии.

Фиг. 4а - фото незрелого волокна хлопчатника при температуре  $37,5^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 10 дней. Около волокна видна зона жидкого кристалла с искаженной гомеотропной ориентацией.

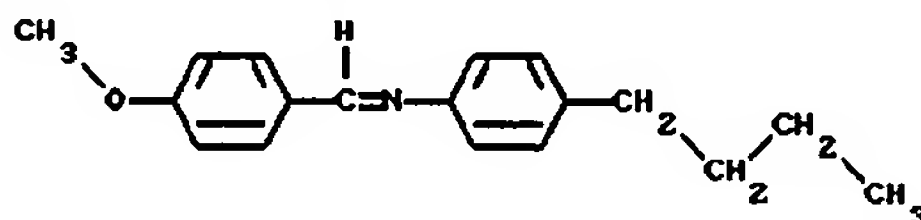
Фиг. 4б - фото незрелого волокна хлопчатника при температуре  $39,5^\circ\text{C}$ . Время вызревания составляет 10 дней. Жидкий кристалл около волокна находится в изотропном состоянии.

На фигуре 1 представлены фотографии зрелого волокна хлопчатника (60 дней после начала созревания) в среде жидкого кристалла при температуре  $40^\circ\text{C}$  (а) и при температуре  $42,5^\circ\text{C}$  (б). На фигуре 1а волокно и примыкающая к нему зона нематика

с искаженной гомеотропной ориентацией выглядят в виде цветного изображения разных тонов. Нематик с изотропной ориентацией выглядит в виде темного фона. На фигуре 1а нематик в приповерхностной зоне волокна перешел в изотропное состояние, а светлое изображение соответствует волокну. Поперечник цветного изображения на фиг. 1а включает поперечник волокна и ширину зон нематика с искаженной гомеотропной ориентацией с обеих сторон от волокна. Поперечник светлого изображения на фиг. 1б - есть поперечник волокна. Если из поперечника на фиг. 1б вычесть поперечник на фиг. 1а, то можно найти ширину зоны нематика с искаженной гомеотропной ориентацией. На фигурах 2а и 2б, 3а и 3б, 4а и 4б представлены изображения, аналогичные тем, которые имеются на фигурах 1а и 1б. Разница состоит в том, что на фигуре 1а и 1б сфотографировано зрелое волокно, а на фигурах 2а и 2б, 3а и 3б, 4а и 4б соответственно волокна через 30, 20 и 10 дней после начала созревания. Фигурам с индексом "б" соответствует температура перехода нематика в приповерхностной зоне волокна в изотропное состояние (см. таблицу), а фигурам с индексом "а" - температура на 1-3 градуса ниже указанной выше температуры.

Пример конкретного осуществления способа.

Испытание проводилось на волокнах Кубанского хлопчатника "Югтекс-2" после различного срока роста волокон: 10 дней, 20 дней, 30 дней и 60 дней (зрелые волокна). Указанные сроки вызревания волокон в определенной мере, соответствуют общепринятой градации хлопка по степени его зрелости: зрелый, недозрелый, незрелый, совершенно незрелый. В качестве жидкого кристалла выбран N-(п-метоксибензилиден)-п-бутиланилин (МББА), являющийся нематогеном. Формула МББА следующая:



Данный жидкий кристалл обладает ярко выраженной анизотропностью: его показатель двулучепреломления ( $\Delta n$ ) равен 0,2, а у хлопка этот показатель составляет около 0,05. Жидкий кристалл со значением  $\Delta n$ , равным 0,2, выбран потому, что при реальных толщинах волокон от 10 до 15 мкм и используемой оптике светлые зоны около волокон начинают возникать при отклонении "стержней" нематика от гомеотропной ориентации примерно на 10 градусов. Этим самым обеспечивается высокая чувствительность способа.

Процедура получения фотоизображения и проведения измерения состоит в следующем. Вначале проводят подготовку покровных стекол высушивают их горячим паром изопропилового спирта после химической обработки. Затем на покровное стекло помещают волокна, предварительно выдержанные в течение суток при  $20^\circ\text{C}$  и 65 процентной относительной влажности воздуха, и наносят жидкий кристалл. После наложения покровного стекла жидкий

кристалл растекается по всей поверхности между стеклами, соприкасаясь при этом с поверхностью волокон. Покровные стекла с волокнами между ними помещают в термоячейку и включают нагреватель. При нагревании наблюдают в микроскопе Leitz Laborlux вид картины, возникающей при прохождении поляризованного света через жидкий кристалл и волокна. При температуре, меньшей на 4-3°C значения температуры перехода нематика, расположенного в приповерхностной области волокна, в изотропное состояние измеряют поперечник изображения волокна и зон (с обеих сторон от волокна) нематика с искаженной гомеотропной ориентацией. Фотографируют указанное выше изображение. Затем повышают температуру в термоячейке и фиксируют ее значение, при которой нематик около поверхности волокна переходит в изотропное состояние ( $T_{iso}$ ). Поскольку процессы в нематике с ростом температуры выше  $T_{iso}$  обратимы, то значение  $T_{iso}$ , если оно для данного вида волокон неизвестно, можно найти до измерения ширины зоны с искаженной гомеотропной ориентацией и до фотографирования. Ширину указанной выше зоны находят в делениях шкалы, вставленной в окуляр, а цену деления шкалы окуляра находят с помощью штрихмикрометра. Точность измерения температуры составляет 0,1°C. Гомеотропная ориентация МББА между покровными стеклами обуславливает темное поле при просмотре его в поляризационном микроскопе Leitz Laborlux. Вблизи поверхности волокон "стержни" нематика взаимодействуют с волокном и их ориентация изменяется от гомеотропной до планарной. В результате зона около волокон представляют из себя светлое поле. При нагревании волокна с жидким кристаллом до некоторой температуры нематик переходит в изотропное состояние и отличие освещенности между зонами около волокон и вдали от них исчезает.

Фотографии волокон различных групп по степени зрелости приведены на фигурах 1-4. Видно, что ширина зоны около волокон, в которой происходит нарушение гомеотропной ориентации МББА возрастает при увеличении степени зрелости волокна. Кроме этого, степень зрелости волокон оказывает влияние на температуру перехода нематика в изотропное состояние в зоне расположения волокна. Результаты оценки степени зрелости волокон в соответствии с предлагаемым способом и прототипом представлены в таблице. Как видно из таблицы и фотографий, зрелым волокнам, длительность роста которых составляет 60 дней, соответствует максимальная толщина зоны ( $\delta$ ) нематика с нарушенной гомеотропной ориентацией структурных элементов жидкого кристалла. Величина  $\delta$  для зрелых волокон, как видно из таблицы, составляет 24 мкм. Для волокон, длительность роста которых составляет 30, 20 и 10 дней, значение  $\delta$  равно соответственно

11,4; 8,5; 4,2 мкм, (см. фиг. 1-4 и таблицу).

Наиболее стабильными значениями  $\delta$  для разных групп волокон получаются при температуре, близкой к температуре перехода МББА в изотропное состояние. Для разных групп волокон значение температуры, при которой измеряют  $\delta$  должно быть в интервале (38-41)°C. Наблюдаются также изменения величины температуры перехода жидкого кристалла в изотропное состояние в зоне расположения волокон при разной степени их зрелости. Значение  $T_{iso}$  мезофазы около поверхности указанных выше групп волокон уменьшается от 42,5° до 39,5°C при переходе от зрелых волокон до самых незрелых (см. таблицу). В соответствии с прототипом коэффициент зрелости ( $K_z$ ) волокон у зрелых волокон равен - 1,95; при длительности роста их в течение 30 дней - 1,75; 20 дней - 1,8; 10 дней - 1,15. Как видно, отличие различных групп волокон по величине  $K_z$  не так значительно по сравнению с предлагаемым способом. Величина  $K_z$  зрелых волокон отличается от  $K_z$  волокон с длительностью роста 30 и 20 дней всего на 8-11%. У волокон с длительностью роста 20 и 30 дней значение  $K_z$  примерно одинаковое, причем среднее значение  $K_z$  оказалось у более зрелых волокон (30 дней роста) даже ниже чем у волокон менее зрелых (20 дней роста). Из представленных данных на рисунках и таблицы видно, что определение зрелости волокон хлопчатника по предложенному способу более объективно.

Источники информации

1. Standards on Textile Materials, D 1449-55T, A.S.T.M.
2. Webb R. W. , Burley S.T. U.S. Dept of Agriculture, Market Research Report 57, 1953.
3. Standards on Textile Materials, D 1450-55T, A.S.T.M.
4. ГОСТ 3274,2-72 М: Госстандарт - 1989.

#### Формула изобретения:

1. Способ определения степени зрелости волокон хлопчатника, заключающийся в анализе интерференционной картины при прохождении поляризованного света через волокна, находящиеся между покровными стеклами, отличающийся тем, что волокна располагают в среде нематогенной мезофазы, нагревают волокна с нематиком и определяют ширину зоны нематика с искаженной гомеотропной ориентацией в приповерхностной области волокон перед фазовым переходом нематика в изотропное состояние, измеряют температуру этого перехода, после чего судят о степени зрелости волокон, при этом показатель двулучепреломления нематика выбирают равным 0,2-0,3.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что разность между температурой перехода в изотропное состояние нематика и температурой измерения ширины зоны нематика с искаженной гомеотропной ориентацией составляет 1-3°C.

Результаты определения степени зрелости волокон кубанского хлопчатника «Югтекс-2».

Длительность роста волокна	Степень зрелости по предлагаемому способу		Степень зрелости в соответствии с прототипом
	Толщина зоны около волокна с нарушенной гомеотропной ориентацией в нематике, мкм	Температура перехода нематика в изотропное состояние (T <sub>iso</sub> ) в зоне примыкающей к волокну, °C.	
60 дней	24,0	42,5	1,95
30 дней	11,4	41,5	1,75
20 дней	8,5	41,0	1,8
10 дней	4,2	39,5	1,15

Примечание: В таблице приведены результаты 400 измерений для каждой группы волокон по методике предлагаемого способа и прототипа.



RU 2202786 C1



Фиг. 2а

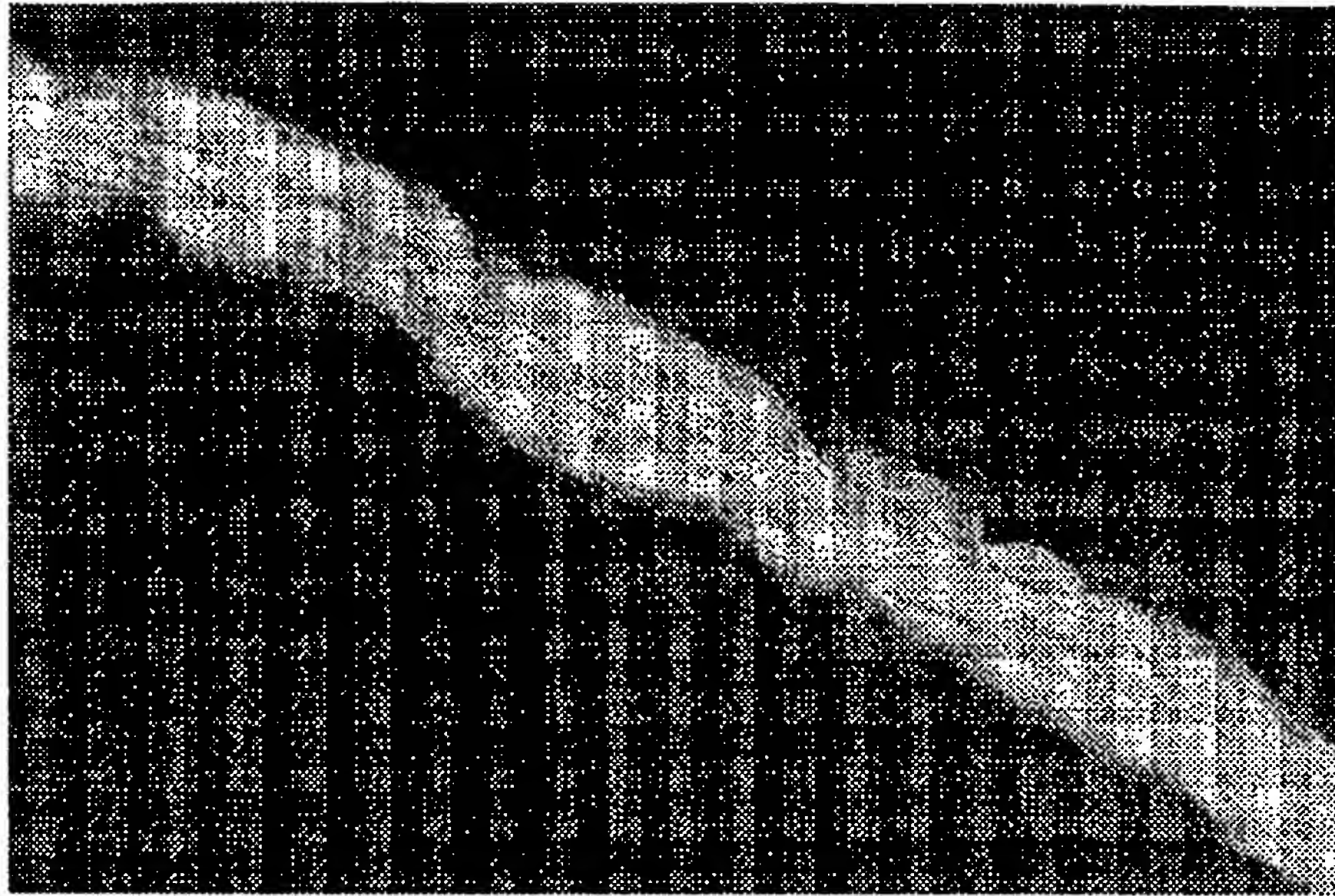


Фиг. 2б

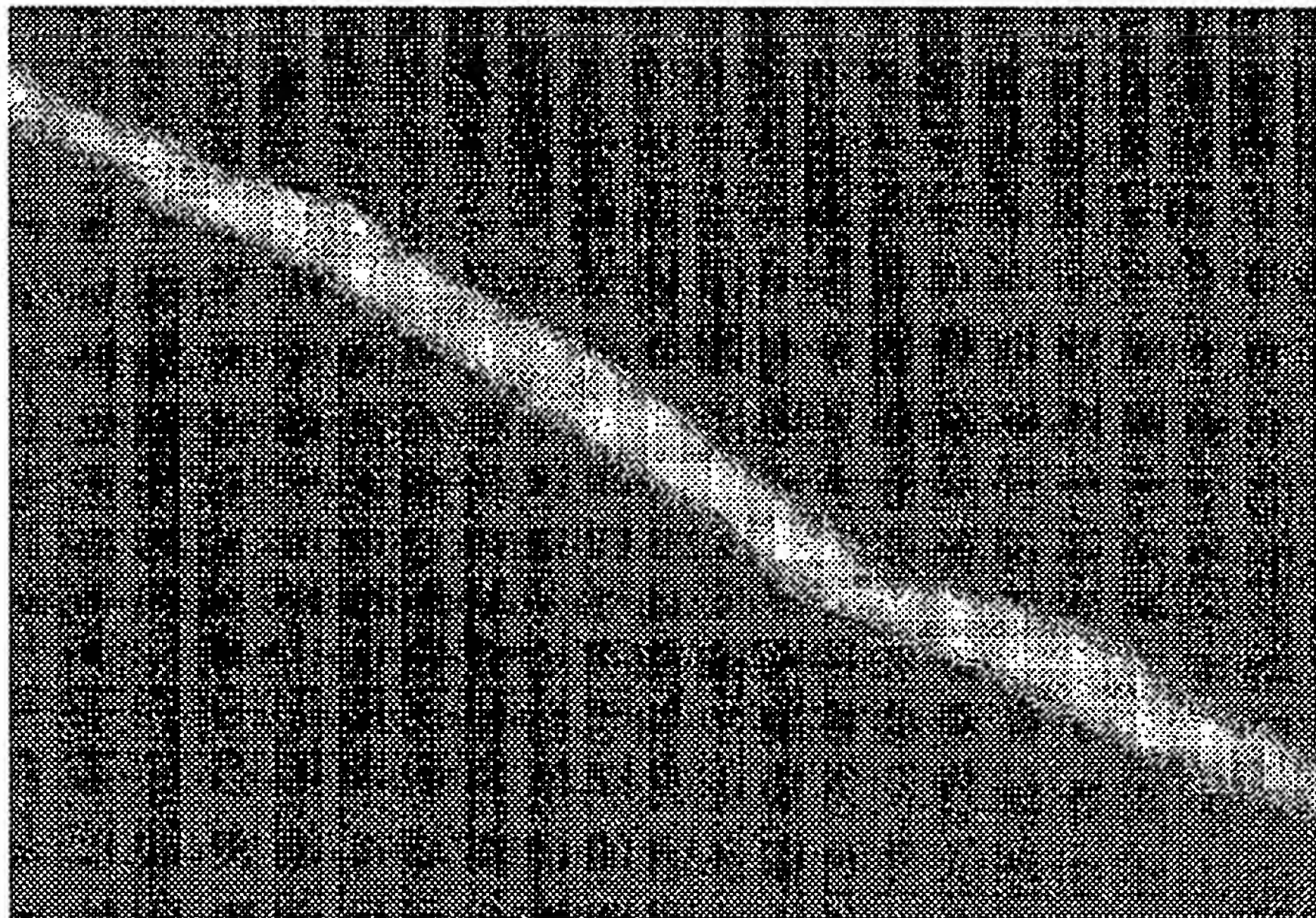
RU 2202786 C1



RU 2202786 C1



Фиг. 3а

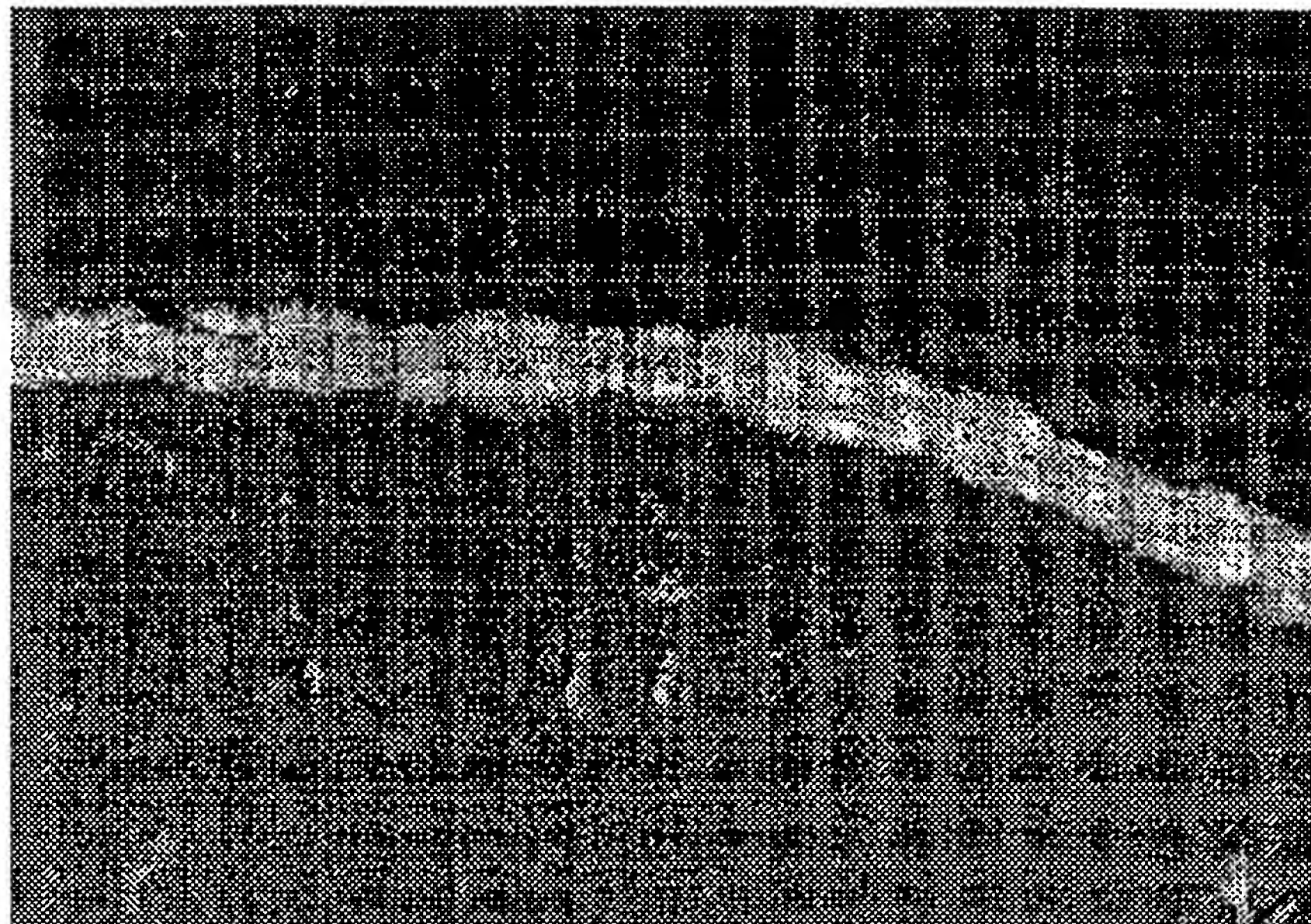


Фиг. 3б

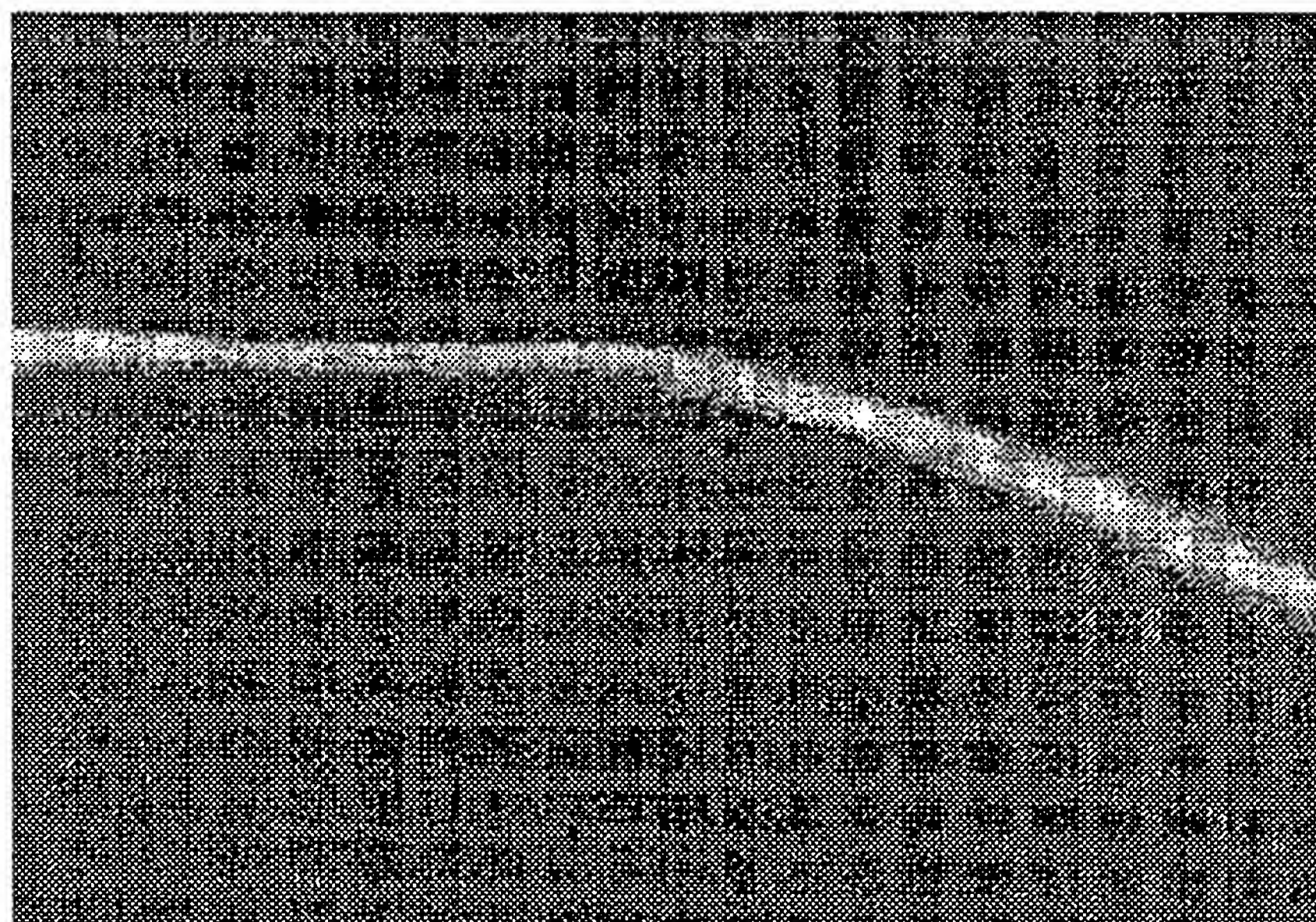
RU 2202786 C1



RU 2202786 C1



Фиг. 4а



Фиг. 4б

RU 2202786 C1